

[First Hit](#) [Previous Doc](#) [Next Doc](#) [Go to Doc#](#)

End of Result Set

☐ [Generate Collection](#) [Print](#)

L3: Entry 1 of 1

File: DWPI

Sep 9, 1997

DERWENT-ACC-NO: 1997-498429

DERWENT-WEEK: 199746

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Flame-resistant thermoplastic resin composition - comprises thermoplastic resin containing ammonium poly:phosphate compounds and amine salts of phosphoric acid

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

CHISSO CORP

CHCC

PRIORITY-DATA: 1996JP-0069021 (February 28, 1996)

[Search Selected](#)[Search ALL](#)[Clear](#)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<input type="checkbox"/> JP 09235407 A	September 9, 1997		008	C08K003/32

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP 09235407A	February 28, 1996	1996JP-0069021	

INT-CL (IPC): C08K 3/32; C08K 5/3492; C08K 5/49; C08K 9/10; C08L 23/00; C08L 101/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 09235407A

BASIC-ABSTRACT:

Flame-resistant thermoplastic resin composition comprises (A) thermoplastic resin with (B) 1-30 wt.% ammonium polyphosphate compounds and (C) 1-30 wt.% amine salts of phosphoric acid of formula (1) compounded. n = integer 1-100; X = R1R2N(CH2)mNR3R4), piperazine or diamine containing piperazine ring; R1 - R4 = H or 1-5C alkyl; m = integer 1-10; Y = NH3 or triazine derivative of formula (2). Z1 and Z2 = -NR5R6; -OH, -SH, 1-10C alkoxyl, phenyl or vinyl; R5 and R6 = H or 1-6C alkyl or methylol.

USE - Mouldings obtained are useful in electrical appts. and parts of motor-cars.

ADVANTAGE - The resin compsn. has high flame resistance even with a little amt. of the flame retardants added.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: FLAME RESISTANCE THERMOPLASTIC RESIN COMPOSITION COMPRISE
THERMOPLASTIC RESIN CONTAIN AMMONIUM POLY PHOSPHATE COMPOUND AMINE SALT PHOSPHORIC
ACID

DERWENT-CLASS: A21 A25 A60 E11 E35

CPI-CODES: A06-B; A08-F03; A12-E01; A12-T04; E05-T; E07-D11; E07-D13B; E10-B01A4;
E31-K06;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

B215 B701 B702 B713 B720 B815 B831 B832 B833 C101
C108 C500 C710 C801 C802 C803 C804 C807 F000 F010
F011 F012 F013 F014 F015 F016 F553 F580 G010 G019
G100 H100 H101 H102 H103 H121 H122 H123 H181 H182
H201 H202 H401 H402 H403 H404 H421 H422 H481 H482
H483 H484 H521 H522 H715 H721 H722 H723 J521 J522
J592 J599 L640 L699 L910 L922 L999 M113 M119 M210
M211 M212 M213 M214 M215 M216 M220 M221 M222 M223
M224 M225 M226 M231 M232 M233 M240 M272 M273 M280
M281 M282 M283 M311 M312 M313 M314 M315 M316 M320
M321 M322 M323 M331 M332 M333 M340 M342 M383 M391
M392 M393 M411 M510 M520 M521 M530 M531 M532 M540
M620 M640 M782 M903 M904 Q130 Q621 R038

Ring Index

00212

Markush Compounds

199746-C3901-M

Chemical Indexing M3 *02*

Fragmentation Code

B115 B702 B713 B720 B795 B799 B815 B833 C500 C730
C802 C804 C807 M411 M782 M903 M904 Q130 Q621 R038

Specific Compounds

03561M

ENHANCED-POLYMER-INDEXING:

Polymer Index [1.1] 018 ; G0033*R G0022 D01 D02 D51 D53 ; H0000 ; H0011*R ; H0317 ;
S9999 S1434 ; P1150 Polymer Index [1.2] 018 ; G0102*R G0022 D01 D12 D10 D18 D51
D53 ; H0000 ; H0011*R ; H0317 ; S9999 S1434 ; P1741 Polymer Index [1.3] 018 ;
P0635*R F70 D01 ; H0317 ; S9999 S1434 Polymer Index [1.4] 018 ; P0862 P0839 F41 F44
D01 D63 ; H0317 ; S9999 S1434 Polymer Index [1.5] 018 ; H0317 ; P0884 P1978 P0839
H0293 F41 D01 D11 D10 D19 D18 D31 D50 D63 D90 E21 E00 ; S9999 S1434 Polymer Index
[1.6] 018 ; H0317 ; P0895 P1978 P0839 H0293 F41 D01 D11 D10 D19 D18 D31 D50 D63 D92
E21 E00 ; S9999 S1434 Polymer Index [1.7] 018 ; P1490*R F61 D01 ; H0317 ; S9999
S1434 Polymer Index [1.8] 018 ; H0317 ; P1592*R F77 D01 ; S9999 S1434 Polymer Index
[1.9] 018 ; D19 D18 D31 D76 D50 D86 F34 ; P0997 P0964 H0293 F34 D01 D18 ; H0317 ;
S9999 S1434 Polymer Index [1.10] 018 ; H0135 H0124 ; S9999 S1434 Polymer Index
[1.11] 018 ; ND04 ; B9999 B4239 ; Q9999 Q7330*R ; Q9999 Q9234 Q9212 ; Q9999 Q9289
Q9212 ; K9745*R Polymer Index [1.12] 018 ; R03561 D00 F16 F53 H* N* 5A O* 6A P* ;
A999 A248*R ; A999 A771 ; S9999 S1412 S1401 Polymer Index [1.13] 018 ; D01 D11 D10
D23 D22 D31 D32 D76 D45 D50 D61*R D81 D82 D83 D84 D85 D86 D87 D88 D89 D90 D91 D92
D93 D94 D95 F04 F09 F07 F19 F10 F27 F26 F28 F34 D19 D18 D33 D34 D12 D53 D51 D54 D57
D58 F53 F54 ; A999 A248*R ; A999 A771 Polymer Index [2.1] 018 ; D01 D11 D10 D12 D23
D22 D31 D76 D45 D50 D53 D51 D54 D57 D58 D83 D84 D85 D86 D87 D88 D89 D90 D91 D92 D93
D94 F04 F10 F07 F19 F27 F26 F28 F34 F53 F54 D19 D18 D32 D33 ; P1854 ; A999 A248*R ;

A999 A782 Polymer Index [3.1] 018 ; R00859 G1809 G1649 D01 D23 D22 D31 D45 D50 D76 D83 F19 F10 F07 ; H0328 ; H0000 ; H0011*R ; M9999 M2391 ; S9999 S1423 S1401 ; A999 A248*R ; A999 A782 Polymer Index [3.2] 018 ; G1810 G1809 G1649 D01 F10 F07 D23 D22 D31 D76 D45 D50 D83 F19 ; H0000 ; H0011*R ; H0328 ; S9999 S1423 S1401 ; A999 A248*R ; A999 A782 Polymer Index [3.3] 018 ; P0464*R D01 D22 D42 F47 ; H0328 ; S9999 S1423 S1401 ; A999 A248*R ; A999 A782 Polymer Index [3.4] 018 ; P0226 P0282*R D01 D18 F30 ; H0328 ; S9999 S1423 S1401 ; A999 A248*R ; A999 A782 Polymer Index [3.5] 018 ; P1592*R F77 D01 ; H0328 ; S9999 S1423 S1401 ; A999 A248*R ; A999 A782 Polymer Index [3.6] 018 ; P1570*R F78 D01 ; H0328 ; S9999 S1423 S1401 ; A999 A248*R ; A999 A782

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1997-158622

[Previous Doc](#)

[Next Doc](#)

[Go to Doc#](#)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-235407

(43) 公開日 平成9年(1997)9月9日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 K 3/32	K A G		C 0 8 K 3/32	K A G
	5/3492	K B N	5/3492	K B N
	5/49	K E E	5/49	K E E
	9/10	K C R	9/10	K C R
C 0 8 L 23/00	K F L		C 0 8 L 23/00	K F L

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平8-69021

(22) 出願日 平成8年(1996)2月28日

(71) 出願人 000002071

チッソ株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号

(72) 発明者 成田 嘉昭

神奈川県横浜市金沢区乙船町10番1号

(72) 発明者 竹林 貴史

神奈川県横浜市金沢区乙船町10番2号

(74) 代理人 弁理士 野中 克彦

(54) 【発明の名称】 難燃性熱可塑性樹脂組成物

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 少ない難燃剤の添加量で難燃性に優れた熱可塑性樹脂組成物を提供すること。

【解決手段】 熱可塑性樹脂に、(A) ポリリン酸アンモニウム化合物を組成物に対して1~30重量%、(B) 下記化1で表されるリン酸アミン塩を組成物に対して1~30重量%配合する難燃性熱可塑性樹脂組成物。



(nは1~100、Xは(R₁R₂N(CH₂)₃NR₃R₄)、ピペラジンもしくはピペラジン環を含むジアミン、R₁、R₂、R₃、R₄はHもしくはC₁~5のアルキル基、mは1~10、YはNH₃基または下式(2)で表されるトリアジン誘導体)。



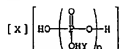
(2)

(Z₁およびZ₂は、-NR₅R₆基(R₅、R₆はHもしくはC₁~6のアルキル基、またはメチロール基)、水酸基、メルカプト基、C₁~10のアルキル基、C₁~10のアルコキシ基、フェニル基、およびビニル基)。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱可塑性樹脂に、(A) ポリリン酸アンモニウム化合物を組成物に対して1〜30重量%および(B) 下記化1で表されるリン酸アミン塩を組成物に対して1〜30重量%配合したことを特徴とする難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【化1】



(式中、nは1〜100の整数であり、Xは〔R₁R₂N(CH₂)_mNR₃R₄〕、ピペラジンもしくはピペラジン環を含むジアミンであり、R₁、R₂、R₃およびR₄はそれぞれHもしくは炭素数1〜5の直鎖もしくは分枝のアルキル基であり、R₁、R₂、R₃およびR₄は同一の基であっても異なってもよい。mは1〜10の整数であり、また、化1においてYはNH₃基もしくは下記化2で表されるトリアジン誘導体である)。

【化2】



(式中、Z₁およびZ₂は同一でも異なってもよく、-NR₅R₆基〔ここでR₅、R₆は同一または異なったHもしくは炭素数1〜6の直鎖もしくは分枝のアルキル基、またはメチロール基〕、水酸基、メルカプト基、炭素数1〜10の直鎖もしくは分枝のアルキル基、炭素数1〜10の直鎖もしくは分枝のアルコキシル基、フェニル基、およびビニル基からなる群より選ばれた基である)。

【請求項2】 ポリリン酸アンモニウム化合物が、一般式(NH₄)_{r+2}P₂O_{3r+1} (但し、rは20〜1000の整数) で表されるポリリン酸アンモニウムもしくはポリリン酸アンモニウムを主成分とする化合物である請求項1記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【請求項3】 ポリリン酸アンモニウムを主成分とする化合物が、該ポリリン酸アンモニウムの表面に、メラミンモノマーもしくはメラミン樹脂、変性メラミン樹脂、グアニジン樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ウレタン樹脂、尿素樹脂およびポリカルボジミドからなる熱硬化性樹脂群より選ばれた1種以上の熱硬化性樹脂が存在するものである請求項2記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【請求項4】 ポリリン酸アンモニウムを主成分とする化合物が、該ポリリン酸アンモニウムをメラミンモノマーもしくはメラミン樹脂、変性メラミン樹脂、グアニジン樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ウレタン樹脂、尿素樹脂およびポリカルボジミドからなる熱硬化性樹

脂群より選ばれた1種以上で被覆もしくはマイクロカプセル化処理されたものである請求項2記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【請求項5】 熱可塑性樹脂がオレフィン系樹脂、スチレン系樹脂、ポリアミド樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリスルホン樹脂、熱可塑性ポリウレタン樹脂およびポリフェニレンエーテル樹脂並びに熱可塑性エラストマーから選ばれた1種以上である請求項1〜4のいずれか1項記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は難燃性に優れた難燃性熱可塑性樹脂組成物に関する。詳しくは、ポリリン酸アンモニウムを主成分とする化合物、新規なリン酸アミン塩および熱可塑性樹脂の特定量から構成される難燃性に優れた難燃性熱可塑性樹脂組成物に関する。

【0002】 従来より、熱可塑性樹脂はその衛生性、加工性、耐薬品性、耐候性、電気的特性および機械的強度等の優位性を生かして産業用および家庭用電気製品等の分野をはじめとして、建築物、室内装飾品および自動車部品等の各種の分野に多用されており、熱可塑性樹脂が使用される用途も拡大してきている。かかる用途の拡大に伴い、熱可塑性樹脂にも難燃性が要求され始め、しかも年々その要求性能が厳しくなってきている。特に最近では、従来の難燃化技術の主流であるハロゲン含有化合物を単独でもしくは酸化アンチモンなどのアンチモン化合物とを組み合わせて難燃剤とし、それを熱可塑性樹脂に配合した難燃性樹脂組成物が、燃焼時または成形時等にハロゲン系ガスを発生することが問題視されている。そこで、燃焼時または成形時にこれらのハロゲン系ガスを発生しない難燃性樹脂組成物が要求されている。

【0003】 これらの要求に応えるために最近、樹脂の燃焼温度において吸熱反応により分解および脱水反応を起こして樹脂の燃焼を抑制し得る特定の金属水和物を無機難燃剤として配合する方法が提案されている。しかしながら、この方法では用いる金属水和物は難燃性付与効果が極めて微弱であるために多量に配合することが必要であり、その結果、得られる難燃性樹脂組成物はその成形加工性が低下し、該組成物から得られる成形物の機械的強度の低下等の諸特性も低下するといった問題がある。

【0004】 上記の要求に応えるため、特定の燐化合物を用いる手法が提案されている。例えば特開昭59-47285号公報には、エチレンジアミンホスフェートとメラミン及び/またはシアヌル酸誘導体の塩、例えばリン酸メラミン等とを組み合わせた火災予防用材料が提案されている。また、特表平5-508187号公報には、リン酸アルキルジアミンの如きリン酸塩を難燃剤として配合した難燃性熱可塑性樹脂組成物が開示されてい

る。しかしながら、該公報記載のエチレンジアミンホスフェートやリン酸キルギジアミンは水溶性が高いため、かかるエチレンジアミンホスフェートやリン酸アルキルジアミンを配合した火災予防用材料または難燃性熱可塑性樹脂組成物は耐水性が低下し、水分と接触する用途には使用できないという問題を有している。

【0005】また、特開昭63-277651号公報には新規な亜リン酸塩とそれを防火剤として応用する技術が開示され、特公4-8308号公報には、広汎な樹脂類やセルロース系材料に難燃性を付与する難燃剤用途に有用な縮合リン酸アミノトリアジン化合物の製法が開示されている。しかしながら、該公報開示の方法で得られた新規な亜リン酸塩や縮合リン酸アミノトリアジン化合物には、該化合物成分中に発泡作用のある成分が含まれていないため、多価アルコールなど発泡作用のある成分を併用しなければ高度な難燃性を得ることができないといった問題がある。

【0006】一方、発泡成分を化合物中に含有させる方法として、特公4-22916号公報や特公4-21679号公報には、ある種の重合体組成物の難燃化添加剤として、新規なリン酸のアミン塩やリン酸のアミン塩を配合することが開示されている。しかしながら、該公報開示のリン酸のリン塩を得るためには、毒性の強いオキシ塩化リンを発生物質として用いる必要があることや複雑な工程を経なければ製造することができず工業的に大量に生産するには有利とはいえないといった問題点を有している。

【0007】また、最近、特開平6-87974号公報や特開平6-340770号公報において、特定のトリアジン誘導体とリンの酸系化合物との塩を難燃剤として熱可塑性樹脂に配合した自己消火性重合体組成物が開示されている。しかしながら、これらの公報記載の化合物も複雑な工程を経る必要があり、しかも充分な難燃性を付与するには添加量を多くしなければならないといった問題点がある。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは、難燃剤の配合量が少なくても高い難燃性を発揮する難燃性熱可塑性樹脂組成物を得るべく鋭意研究した。その結果、熱可塑性樹脂に、ポリリン酸アンモニウム化合物および新規なリン酸アミン塩を配合することによって、上述の課題を解決できることを見いだし、この知見に基づいて本発明を完成した。以上の記述から明らかなように、本発明の目的は、難燃剤の少ない添加量で難燃性に優れた熱可塑性樹脂組成物を提供することである。

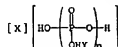
【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は下記(1)～(5)の構成を有する。

(1) 熱可塑性樹脂に、(A) ポリリン酸アンモニウム化合物を組成物に対して1～30重量%および(B) 下

記化3で表されるリン酸アミン塩を組成物に対して1～30重量%配合したことを特徴とする難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【化3】



(式中、nは1～100の整数であり、Xは(R₁R₂N(CH₂)₆NR₃R₄)、ビペラジンもしくはビペラジン環を含むジアミンであり、R₁、R₂、R₃およびR₄はそれぞれHもしくは炭素数1～5の直鎖もしくは分枝のアルキル基であり、R₁、R₂、R₃およびR₄は同一の基であっても異なってもよい。mは1～10の整数であり、また、化3においてYはNH基または下記化4で表されるトリアジン誘導体である)。

【化4】



(式中、Z₁およびZ₂は同一でも異なってもよく、-NR₃R₄基(ここでR₃、R₄は同一または異なったHもしくは炭素数1～6の直鎖もしくは分枝のアルキル基、またはメチロール基)、水酸基、メルカプト基、炭素数1～10の直鎖もしくは分枝のアルキル基、炭素数1～10の直鎖もしくは分枝のアルコキシ基、フェニル基、およびビニル基からなる群より選ばれた基である)。

【0010】(2) ポリリン酸アンモニウム化合物が、一般式(NH₄)_{r+2}P₂O_{3r+1}(但し、rは20～1000の整数)で表されるポリリン酸アンモニウムもしくはポリリン酸アンモニウムを主成分とする化合物である前記(1)記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

(3) ポリリン酸アンモニウムを主成分とする化合物が、該ポリリン酸アンモニウムの表面に、メラミンモノマーもしくはメラミン樹脂、変性メラミン樹脂、グアミン樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ウレタン樹脂、尿素樹脂およびポリカルボジミドからなる熱硬化性樹脂群より選ばれた1種以上が存在する化合物である前記(2)記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

(4) ポリリン酸アンモニウムを主成分とする化合物が、該ポリリン酸アンモニウム表面をメラミンモノマーもしくはメラミン樹脂、変性メラミン樹脂、グアミン樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ウレタン樹脂、尿素樹脂およびポリカルボジミドからなる熱硬化性樹脂群より選ばれた1種以上で被覆もしくはマイクロカプセル化処理されている化合物である前記(2)記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

(5) 熱可塑性樹脂がオレフィン系樹脂、スチレン系樹

脂、ポリアミド樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエチレンテフタレート樹脂、ポリブチレンテフタレート樹脂、ポリスルホン樹脂、熱可塑性ポリウレタン樹脂、ポリフェニレンエーテル樹脂および熱可塑性エラストマーから選ばれる1種以上である前記(1)～(4)のいずれか1項記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【0011】本発明の難燃性熱可塑性樹脂組成物の構成成分の一つであるポリリン酸アンモニウム化合物は、ポリリン酸アンモニウム単体もしくは該ポリリン酸アンモニウムを主成分とする化合物である。該ポリリン酸アンモニウムは一般式 $(\text{NH}_4)_{r+2}\text{P}_2\text{O}_{5+r+1}$ (但し、 r は20～1000の整数)で表すことができる化合物であり、 r が十分に大きいときはメタリン酸の式 $(\text{NH}_4)_r\text{P}_2\text{O}_5$: (ここで r は前記と同じ)に近似できる化合物である。該ポリリン酸アンモニウムとしては市販品を使用することができ、該市販品としては、エキソリット(Exolit)422 (商品名、ヘキスト社製)、エキソリット(Exolit)700 (商品名、ヘキスト社製)、フォスチェック(Phos-check)P/30 (商品名、モンサント社製)、フォスチェック(Phos-check)P/40 (商品名、モンサント社製)、スミセーフP (商品名、住友化学株式会社製)、テラージュ(TERRAJU)S10 (商標、チッソ株式会社製)、テラージュ(TERRAJU)S20 (商標、チッソ株式会社製)を挙げることができる。

【0012】また、該ポリリン酸アンモニウムを主成分とする化合物としては、該ポリリン酸アンモニウムを熱硬化性樹脂で被覆もしくはマイクロカプセル化したものや、メラミンモノマーや他の含窒素有機化合物等で該ポリリン酸アンモニウム表面を被覆したもの、界面活性剤やシリコン化合物で処理を行ったもの、ポリリン酸アンモニウムを製造する過程でメラミン等を添加し難溶化したものであり、熱硬化性樹脂でマイクロカプセル化したポリリン酸アンモニウムを得る方法としては、例えば、被覆する樹脂にエポキシ樹脂、ウレタン樹脂、アクリル樹脂、フェノール樹脂、アルキッド樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂などの樹脂を単独または併用し、該ポリリン酸アンモニウムの表面に所望の被膜樹脂成分のモノマーもしくはオリゴマーを担持もしくは付着させ、該モノマーもしくはオリゴマーを重(縮)合させる界面重合法やインサイチュ(in-situ)重合法、未硬化ではあるが予め完成されたポリマー状態の被膜用樹脂でポリリン酸アンモニウム表面を被覆し、ついで溶媒中で該樹脂を硬化させる液中硬化法、被膜用ポリマーを溶剤に溶かし該ポリマー溶液の濃度勾配を利用する相分転法、カプセル化原液を噴霧してこれを熱風と接触させ、揮発分を蒸発させて乾燥するスプレードライニング法、被覆させるポリマーを溶剤に加熱溶解し、これにポリリン酸アンモニウムを分散させて攪拌しながら溶剤を揮発もしくは非溶媒に乳分散させ、急冷して被膜用ポリマーを析出させる液中乾燥法などの公知の方法を挙げることができ

る。

【0013】該ポリリン酸アンモニウムを主成分とする化合物としては、市販品としてエキソリット(Exolit)462 (商品名、ヘキスト社製)、スミセーフP-M (商品名、住友化学株式会社製)、テラージュ(TERRAJU)C60 (商標、チッソ株式会社製)、テラージュ(TERRAJU)C70 (商標、チッソ株式会社製)、テラージュ(TERRAJU)C80 (商標、チッソ株式会社製)などが挙げられる。

【0014】本発明の難燃性熱可塑性樹脂組成物の構成成分の一つである(B)リン酸アミン塩は新規な化合物であり、例えば次の方法によって得ることができる。すなわち、反応容器に、不活性溶剤を添加もしくは溶剤を添加することなしに、所定量のリン酸もしくは縮合度約2～100の縮合リン酸を仕込む。次いで、 $(\text{R}_1\text{R}_2\text{N}(\text{CH}_2)_m\text{NR}_3\text{R}_4)$ で表されるジアミン(ここで $\text{R}_1, \text{R}_2, \text{R}_3$ および R_4 はそれぞれHもしくは炭素数1～5の直鎖もしくは分枝のアルキル基であり、 $\text{R}_1, \text{R}_2, \text{R}_3$ および R_4 は同一の基であっても異なってもよい。また、 m は1～10の整数である)、ヒバザンもしくはヒバザン環を含むジアミンである化合物(以下これらを総称してジアミン類という)を直接あるいは水等に溶解または溶剤で希釈して添加し、-10～0℃で反応させる。反応は中和反応であり速やかに進行する。次にここで生成した反応物を単離し、もしくは単離することなしに、アンモニアもしくは前記化4で表されるトリアジン誘導体を水などの溶媒で希釈あるいは希釈することなしに添加し、加熱し、反応させることにより本発明の新規なリン酸アミン塩が得られる。反応に關与するジアミン類、アンモニアおよびトリアジン誘導体の量は、使用するリン酸もしくは縮合リン酸のリン濃度によって変化する。すなわち、添加するジアミン類の量は、リン酸もしくは縮合リン酸中に含まれる水酸基の数の2分の1より少ないモル数、好ましくはリン酸もしくは縮合リン酸とはほぼ等モル量を添加し、反応させ、中間生成物を得る。次いで該中間生成物に残留している水酸基に相当する量のアンモニアもしくはトリアジン誘導体を添加し、反応させる。

【0015】該ジアミン類の具体的な例としては、N, N, N', N'-テトラメチルジアミノエタン、エチレンジアミン、N, N'-ジメチルエチレンジアミン、N, N'-ジエチルエチレンジアミン、N, N'-ジメチルエチレンジアミン、N, N'-ジエチルエチレンジアミン、N, N, N', N'-テトラメチルエチレンジアミン、N, N, N', N'-ジエチルエチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、1, 2-プロパンジアミン、1, 3-プロパンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、1, 7-ジアミノノナン、1, 8-ジアミノノナン、1, 9-ジアミノノナン、1, 10-ジアミノデカ

ン、ビバジン、trans-2,5-ジメチルビバジン、1,4-ビス(2-アミノエチル)ビバジン、1,4-ビス(3-アミノプロピル)ビバジン等が挙げられ、全て市販品を用いることができる。

【0016】また、該トリアジン誘導体の具体的な例としては、メラミン、アセトグアナミン、ペンゾグアナミン、アクリルグアナミン、2,4-ジアミノ-6-ノニル-1,3,5-トリアジン、2,4-ジアミノ-6-ハイドロキシ-1,3,5-トリアジン、2-アミノ-4,6-ジハイドロキシ-1,3,5-トリアジン、2,4-ジアミノ-6-メトキシ-1,3,5-トリアジン、2,4-ジアミノ-6-エトキシ-1,3,5-トリアジン、2,4-ジアミノ-6-プロポキシ-1,3,5-トリアジン、2,4-ジアミノ-6-イソプロポキシ-1,3,5-トリアジン、2,4-ジアミノ-6-メルカプト-1,3,5-トリアジン、2-アミノ-4,6-メルカプト-1,3,5-トリアジン等が挙げられ、これらは全て市販品を用いることができる。

【0017】本発明の難燃性熱可塑性樹脂組成物の基材となる熱可塑性樹脂として好適なものとは下記に例示される各種のものである：

◇ポリオレフィン樹脂例えば、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリ-1-ブテン樹脂、ポリ-4-メチル-1-ペンテン樹脂、ポリ-1-ヘキセン樹脂、ポリ-1-オクテン樹脂およびポリ-1-デセン樹脂から選ばれた1種の樹脂またはこれらの2種以上の混合物(組成物)。

◇ビニル重合体樹脂例えば、ポリスチレン、ポリ- α -メチルスチレン、ポリメチル(メタ)アクリレート樹脂(PMMA)、アクリロニトリル-ブタジエンスチレン共重合体(ABS樹脂)、アクリロニトリル-スチレン共重合体(AS樹脂)。

◇縮合重合型樹脂例えば、ナイロン(NY)、熱可塑性ポリエステル(PET、PBT等)、ポリカーボネート(PC)、熱可塑性ポリウレタン(PU)、ポリスルホン(PS)、ポリフェニレンエーテル(PPE)。

◇熱可塑性エラストマー(TPEまたはTPR)例えば、オレフィン系熱可塑性エラストマーおよびスチレン系熱可塑性エラストマー等であって下記のを挙げる

ことができる：
・1-オレフィン系熱可塑性結晶性樹脂(PO)とエチレン-プロピレン共重合体エラストマー(EPM)との重合体組成物または該重合体組成物の部分架橋物、
・1-オレフィン系熱可塑性結晶性樹脂(PO)とエチレン-プロピレン-非共役ジオレフィン共重合体エラストマー(EPDM)との重合体組成物または該重合体組成物の部分架橋物。

【0018】本発明の難燃性熱可塑性樹脂組成物においては、熱可塑性樹脂に通常添加される各種の添加剤、例えば酸化防止剤、耐熱安定剤、紫外線防止剤、帯電防止

剤、銅害防止剤、消剤、中和剤(高級脂肪酸金属塩例えば、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛、金属酸化物・金属水酸化物複合塩例えばハイドロタルサイトもしくはマナセイト等)、造粒剤または顔料等を適宜併用することができる。

【0019】本発明の難燃性熱可塑性樹脂組成物は例えば次のような手順によって製造することができる。すなわち、ベースとなる熱可塑性樹脂に、ポリリン酸アンモニウム化合物、新規なリン酸アンモニウム塩および必要に応じて他の添加剤をそれぞれ所定量ずつ適当な混合装置、例えばヘンシェルミキサー(商品名)、スーパーミキサーまたはタンブラーミキサー等に投入し、次いで1~10分間攪拌混合することによって得られる。得られた混合物をロール混練機またはスクリーン押出機等、必要に応じてペント付き押出機等を用いて溶融混練温度170~350℃で溶融混練したのち、ストランド状に押出したものを切断してペレット化することによって目的の難燃性樹脂組成物を得ることもできる。

【0020】

【実施例】本発明を具体的に説明するために、以下に実施例および比較例を示すが、本発明はこれによって限定されるものではない。また、実施例および比較例における評価は次の方法により行った。

【0021】(1) 難燃性：UL94V

ULサブジェクト94(アンダーライター・ラボトリーズ・インコーポレーテッド)の「機器の部品用プラスチック材料の燃焼試験」に規定された垂直燃焼試験に準拠。試験片の肉厚1.6mm(1/16インチ)

(2) 難燃性：酸素指数(O.I.)

日本工業規格JIS K7201(酸素指数法による高分子材料の燃焼試験方法)に準拠。

(3) 耐ブリード試験

試験片(長さ100mm×幅100mm×厚さ2mm)を射出成型機で成型し、試験片の表面電気抵抗を振動容量型微小電流電位計(アドバンテスト)で測定した。次いで該試験片を温度80℃、湿度80%に調節された恒温恒湿槽に静置し、30日経過後に取り出し、取り出した該試験片を温度80℃に調節された恒温乾燥器中で2時間乾燥し、デシケーター中で室温まで放置後、試験片の表面電気抵抗を測定した。試験片の表面電気抵抗値が30日後に大幅に低下したものは高温高湿度条件下での耐ブリード性不良とした。

【0022】本発明の実施例に使用した新規なリン酸アンモニウム塩は次の方法により得た。

【0023】製造例1

【エチレンジアミンオキシフェートのメラミン塩(B1)の調製】攪拌機、温度計、還流器、導入口を備えた容量1リットルの反応器に、85%重量のリン酸11.5、3重量部および水120重量部を入れ、温度20~30℃に保持しながらエチレンジアミン60、2重量部

を20分けて滴下したのち、60℃で1時間加熱攪拌した。次いで600重量部の水を反応器に入れ、攪拌しながらメラミン126、1重量部(1モル)を添加し、更に80℃に昇温し、該温度で2時間保持した。反応終了後、冷却し、生成物をろ過、洗浄し、105℃のオープンで乾燥してエチレンジアミノフスフェートのメラミン塩(B1)241、6重量部を得た。

【0024】製造例2

(エチレンジアミノピロフスフェートのメラミン塩(B2)の調製)攪拌機、温度計、還流器、導入口を備えた容量1リットルの反応器に、ピロリン酸89重量部および水30重量部を入れ、温度20〜30℃に保持しながらエチレンジアミン30、1重量部を10分けて滴下したのち、更に同温度で1時間攪拌した。次いで600重量部の水を反応器に入れ、攪拌しながらメラミン126、1重量部(1モル)を添加し、更に80℃に昇温し、該温度で2時間保持した。反応終了後、冷却し、生成物をろ過、洗浄し、105℃のオープンで乾燥してエチレンジアミノピロフスフェートのメラミン塩(B2)200重量部を得た。

【0025】製造例3

(ピラジニルピロフスフェートのメラミン塩(B3)の調製)攪拌機、温度計、還流器、導入口を備えた容量2リットルの反応器に、ピラジン43、05重量部を100重量部の水に溶かした溶液に、温度20〜30℃に保持しながらピロリン酸89重量部を50重量部の水で希釈した溶液を滴下したのち、更に同温度で1時間攪拌した。次いで650重量部の水を反応器に入れ、攪拌しながらメラミン126、1重量部を添加し、更に80℃に昇温し、該温度で2時間保持した。反応終了後、冷却し、生成物をろ過、水洗し、105℃のオープンで乾燥してピラジニルピロフスフェートのメラミン塩(B3)250重量部を得た。

【0026】製造例4

(ピラジンポリフスフェートのメラミン塩(B4)の調製)攪拌機、温度計、還流器、導入口を備えた容量2リットルの反応器に、ピラジン21、05重量部を100重量部の水に溶かした溶液に、温度20〜30℃に保持しながらピロリン酸($\text{H}_6\text{P}_4\text{O}_{13}$)84、5重量部を50重量部の水で希釈した溶液を滴下したのち、更に室温で1時間攪拌した。次いで650重量部の水を反応器に入れ、攪拌しながらメラミン126、1重量部(1モル)を添加し、更に80℃に昇温し、該温度で2時間保持した。反応終了後、冷却し、生成物をろ過、水洗し、105℃のオープンで乾燥してピラジンポリフスフェートのメラミン塩(B4)218、2重量部を得た。

【0027】実施例1

ポリリン酸アンモニウム(エキソリット(Exolit)-462)(A1)を8重量%、前記製造例1で得られたエチ

レンジアミノフスフェートのメラミン塩(B1)を17重量%および熱可塑性樹脂として結晶性アロピレンエチレンブロック共重合体(エチレン成分含有量8、5重量%、MFR(温度230℃、荷重2、16Kg f)20g/10min.) (C1)73、7重量%、各種添加剤としてハイドロタルサイト(D1)0、8重量%、2、6-ジ-*n*-ブチル-*p*-クレゾール(D2)0、2重量%、ジミリスル- β 、 β' -*n*-チオゾロビオネート(D3)0、2重量%、ステアリン酸カルシウム(D4)0、1重量%をヘンシェルミキサー(商品名)に装入し3分間攪拌混合した。得られた混合物を押出機(口径30mm)を用いて溶融混練(温度200℃)、押出して難燃性樹脂組成物のペレットを得た。得られたペレットを100℃の温度で3時間乾燥したのち、該ペレットを射出成型機(シリンダーの温度220℃に設定)を用いて所定の各試験片を作製し、難燃性および耐ブリード性の評価を行った。その結果を表1に示した。

【0028】実施例2〜5

表1に記載のように配合を変えた以外は実施例1に準拠して溶融混練、押出してペレットを作製した。得られたペレットを用いて実施例1に準拠して所定の各試験片を作製し、該試験片を用いて難燃性および耐ブリード性の評価を行った。その結果を表1に示した。

【0029】実施例6

ポリリン酸アンモニウム(テラージュ(TERRAJU)-M30)(A3)を10重量%、前記製造例2で得られたエチレンジアミノピロフスフェートのメラミン塩(B2)を15重量%およびその他の添加剤としてシランカップリング剤であるビニルトリメトキシシラン(D5)0、8重量%をヘンシェルミキサー(商品名)に装入し3分間攪拌混合した。次いで熱可塑性樹脂として高密度ポリエチレン[MI(温度190℃、荷重2、16Kg f)6、5g/10min.)、商品名:チソポリエチM680(チソ株式会社製)](C2)73重量%、各種添加剤としてハイドロタルサイト(D1)0、7重量%、2、6-ジ-*n*-ブチル-*p*-クレゾール(D2)0、2重量%、ジミリスル- β 、 β' -*n*-チオゾロビオネート(D3)0、2重量%、ステアリン酸カルシウム(D4)0、1重量%を追加装入しさらに3分間攪拌混合した。得られた混合物を押出機(口径30mm)を用いて溶融混練(温度200℃)、押出して難燃性樹脂組成物のペレットを得た。得られたペレットを100℃の温度で3時間乾燥したのち、該ペレットを射出成型機(シリンダーの温度220℃に設定)を用いて所定の各試験片を作製し、難燃性および耐ブリード性の評価を行った。その結果を表1に示した。

【0030】実施例7

ポリリン酸アンモニウム(テラージュ(TERRAJU)-C60)(A2)を15重量%、前記製造例3で得られたピ

ベラジンピロフォスフェートのメラミン塩 (B3) を15重量%、熱可塑性樹脂としてポリスチレン樹脂 (MI (温度190℃、荷重2.16Kgf) 14.0g/10min.; 商品名: スタイロン470 (旭化成工業製)) (C3) 6.8重量%、各種添加剤としてハイドロタルサイト (D1) 0.7重量%をヘンシェルミキサー (商品名) に装入し3分間攪拌混合した。得られた混合物を押出機 (口径30mm) を用いて溶融混練 (温度200℃)、押出して難燃性樹脂組成物のペレットを得た。得られたペレットを100℃の温度で3時間乾燥した後、該ペレットを射出成型機 (シリンダーの温度220℃に設定) を用いて所定の各試験片を作製し、難燃性および耐ブリード性の評価を行った。その結果を表1に示した。

【0031】実施例8

ポリリン酸アンモニウム (テラージュ (TERRAJU) -C60) (A2) を5重量%、前記製造例4で得られたベラジンピロフォスフェートのメラミン塩 (B4) を25重量%、熱可塑性樹脂としてABS樹脂 (MI (温度190℃、荷重2.16Kgf) 15g/10min.; 商品名: スタイラック101 (旭化成工業製)) (C4) 6.8重量%、各種添加剤としてハイドロタルサイト (D1) 0.7重量%をヘンシェルミキサー (商品名) に装入し3分間攪拌混合した。得られた混合物を押出機 (口径30mm) を用いて溶融混練 (温度210℃)、押出して難燃性樹脂組成物のペレットを得た。得られたペレットを100℃の温度で3時間乾燥したのち、該ペレットを射出成型機 (シリンダーの温度220℃に設定) を用いて所定の各試験片を作製し、難燃性および耐ブリード性の評価を行った。その結果を表1に示した。

【0032】実施例9

ポリリン酸アンモニウム (テラージュ (TERRAJU) -M30) (A3) を7重量%、前記製造例2で得られたエチレンジアミンピロフォスフェートのメラミン塩 (B2) を7重量%、前記製造例4で得られたベラジンピロフォスフェートのメラミン塩 (B4) を7重量%、熱可塑性樹脂として結晶性ポリエチレン-エチレンブロック共重合体 (エチレン成分含有量8.5重量%、MFR (温度230℃、荷重2.16Kgf) 20g/10min.; (C1) を5.7重量%、高密度ポリエチレン (MI (温度190℃、荷重2.16Kgf) 6.5g/10min.; 商品名: チソポリエチンM680 (チ

ッソ株式会社製)) (C2) を10重量%、エチレン-プロピレンゴム (商品名: EP-02P (日本合成ゴム社製)) (C5) を10重量%、各種添加剤としてハイドロタルサイト (D1) 0.8重量%、2,6-ジメチル-4-tert-ブチル-フェノール (D2) 0.2重量%、ジメチルシラン-β, β'-チオジプロピオネート (D3) 0.2重量%、ステアリン酸カルシウム (D4) 0.1重量%をヘンシェルミキサー (商品名) に装入し3分間攪拌混合した。得られた混合物を押出機 (口径30mm) を用いて溶融混練 (温度200℃)、押出して難燃性樹脂組成物のペレットを得た。得られたペレットを100℃の温度で3時間乾燥したのち、該ペレットを射出成型機 (シリンダーの温度220℃に設定) を用いて所定の各試験片を作製し、難燃性および耐ブリード性の評価を行った。その結果を表1に示した。

【0033】比較例1

エチレンジアミンピロフォスフェートのメラミン塩 (B1) の替りにメラミンを用いた以外は実施例1に準拠して熱可塑性樹脂組成物を得、実施例1に準拠して各試験片を作製し、難燃性および耐ブリード性の評価を行った。その結果を表1に示した。

【0034】比較例2

エチレンジアミンピロフォスフェートのメラミン塩 (B1) の替りにエチレンジアミンピロフォスフェートを用いた以外は実施例1に準拠して熱可塑性樹脂組成物を得、実施例1に準拠して各試験片を作製し、難燃性および耐ブリード性の評価を行った。その結果を表1に示した。

【0035】比較例3

ポリリン酸アンモニウム (テラージュ (TERRAJU) -M30) の替りに、リン酸2水素1アンモニウムを用いた以外は実施例6に準拠して熱可塑性樹脂組成物を得、実施例1に準拠して各試験片を作製し、難燃性および耐ブリード性の評価を行った。その結果を表1に示した。

【0036】

【発明の効果】ポリリン酸アンモニウム化合物および新規なリン酸アミン塩を熱可塑性樹脂に配合してなる本発明の難燃性熱可塑性樹脂組成物は、低添加量で優れた難燃性を発揮し、しかも耐ブリード性にも優れているため、該組成物を用いた成形品は電気製品の分野をはじめ建材、自動車部品などの分野に一層好適に使用することができる。

【0037】

【表1】

13.

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	比較例1	比較例2	比較例3
例	A1	8	10	16	17		15	15	5	8	8	
成	A2					15		15	5			
成	A3						10		7			10
成	A4											
成	B1	17										
成	B2		15			15			7			15
成	B3			10		10	15					
成	B4				8			25	7			
成	B5									17		
成	B6										17	
成	C1	73.7	73.7	73.7	73.7	73.7			57.7	73.7	73.7	
成	C2						73		10			73
成	C3						68.8					
成	C4							68.8				
成	C5								10			
成	D1	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.7	0.7	0.8	0.8	0.8	0.7
成	D2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2		0.2	0.2	0.2	0.2
成	D3	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2		0.2	0.2	0.2	0.2
成	D4	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1		0.1	0.1	0.1	0.1
成	D5						0.8					0.8
成	UL-84V	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	該当せず	該当せず	該当せず
成	UL	33.6	33.8	34.2	34.0	34.9	32.8	34.0	36.1	36.2	24.6	26.9
成	UL-100	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	不良	不良	不良

A1: ポリリン酸アンモニウム (Skollit-482 (ヘキスト社製))
 A2: ポリリン酸アンモニウム (TERRAJU-C60 (チャップマン))
 A3: ポリリン酸アンモニウム (TERRAJU-M30 (チャップマン))
 A4: リン酸2水素1アンモニウム
 B1~B4: 参考例1~4の組成 (増粘) リン酸塩
 B5: メラミン
 B6: エチレンジアミンホスフェート
 C1: ポリプロピレン
 C2: 高密度ポリエチレン
 C3: ポリスチレン
 C4: ABS樹脂
 C5: エチレン-プロピレンゴム
 D1: ハイドロタルサイト
 D2~D4: 安定剤
 D5: シランカップリング剤 (ビニルトリメトキシシラン)

フロントページの続き

(5) Int. Cl.⁶
C08L 101/00

識別記号 序内整理番号

FI
C08L 101/00

技術表示箇所

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-235407

(43)Date of publication of application : 09.09.1997

(51)Int.Cl.

C08K 3/32
C08K 5/3492
C08K 5/49
C08K 9/10
C08L 23/00
C08L101/00

(21)Application number : 08-069021

(71)Applicant : CHISSO CORP

(22)Date of filing : 28.02.1996

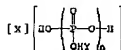
(72)Inventor : NARITA KENSHO
TAKEBAYASHI TAKASHI

(54) FLAME-RETARDANT THERMOPLASTIC RESIN COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a flame-retardant thermoplastic resin compsn. excellent in flame retardancy with only a small amt. of a flame retarder by incorporating an ammonium polyphosphate compd. and a new amine phosphate thereinto.

SOLUTION: This compsn. comprises a thermoplastic resin compounded with 1 to 30wt.%, based on the compsn., of an ammonium polyphosphate compd. and 1 to 30wt.%, based on the compsn., of an amine phosphate of the formula I (n being 1 to 100; X being [R1R2N(CH2)mNR3R4] (R1, R2, R3, and R4 being H or a C1 to C5 alkyl; and m being 1 to 10), piperazine or diamine containing a piperazine ring; and Y being NH3 or a triazine derivative of the formula II [Z1 and Z2 being -NR5R6 (R5 and R6 being H, a 1-6C alkyl or methylol), hydroxyl, mercapto, 1-10C alkyl, 1-10C alkoxy, phenyl or vinyl]).



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

h

g

c

e

h

NOTICES

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

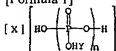
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The fire-resistant thermoplastics constituent characterized by blending the phosphoric-acid amine salt expressed with 1 - 30 % of the weight, and (B) following-ization 1 to thermoplastics to a constituent in (A) polyphosphoric acid ammonium compound one to 30% of the weight to a constituent.

[Formula 1]



(n is the integer of 1-100 among a formula, X is a diamine containing [R1R2-N(CH2) mNR three R4], a piperazine, a piperazine ring, R1, R2, R3, and R4 are the straight chain of H or carbon numbers 1-5, or the alkyl group of branching, respectively, and even if R1, R2, R3, and R4 are the same bases, they may differ.) m is the integer of 1-10 and Y is a triazine derivative expressed with three NH(s) or the following-ization 2 in ** 1.

[Formula 2]



(a formula -- inside -- Z -- one -- and -- Z -- two -- being the same -- even when -- differing -- **** -- -- NR -- five R -- six -- a set -- [-- here -- R -- five -- R -- six -- the same -- or -- having differed -- H -- or -- a carbon number -- o -- -- six -- a straight chain -- or -- branching -- an alkyl group -- or -- MECHIRORU -- a machine --] -- a hydroxyl group -- a sulfhydryl group -- a carbon number --

[Claim 2] The fire-resistant thermoplastics constituent according to claim 1 which is a compound with which a polyphosphoric acid ammonium compound makes a principal component the ammonium polyphosphate or ammonium polyphosphate expressed with general formula (NH4) r+2PrO3r+1 (however, r integer of 20-1000).

[Claim 3] The fire-resistant thermoplastics constituent according to claim 2 which is that in which one or more sorts thermosetting resin chosen from the thermosetting resin group to which the compound which makes an ammonium polyphosphate a principal component becomes the front face of this ammonium polyphosphate from a melamine monomer or melamine resin, denaturation melamine resin, a guanamine resin, an epoxy resin, phenol resin, a urethane resin, a urea-resin, and the poly carbodiimide exists.

[Claim 4] The fire-resistant thermoplastics constituent according to claim 2 by which covering or microencapsulatio processing is carried out by one or more sorts chosen from the thermosetting resin group which the compound which makes an ammonium polyphosphate a principal component becomes from a melamine monomer or melamine resin, denaturation melamine resin, a guanamine resin, an epoxy resin, phenol resin, a urethane resin, a urea-resin, and the poly carbodiimide about this ammonium polyphosphate.

[Claim 5] The fire-resistant thermoplastics constituent of the claim 1-4 whose thermoplastics is one or more sorts chosen from an olefin system resin, a styrene resin, polyamide resin, polycarbonate resin, a polyethylene-terephthala resin, polybutyrene terephthalate resin, polysulfone resin, a thermoplastic polyurethane resin, a polyphenylene-ether resin, and thermoplastic elastomer given in any 1 term.

NOTICES

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] this invention relates to the fire-resistant thermoplastics constituent excellent in fire retardancy. It is related with the fire-resistant thermoplastics constituent excellent in the fire retardancy which consists of a compound which makes an ammonium polyphosphate a principal component, a new phosphoric-acid amine salt, and an amount of specification of thermoplastics in detail.

[0002] conventionally, thermoplastics is used abundantly at various kinds of fields, such as a building, a upholstery, and autparts, taking advantage of predominance, such as the health nature, processability, chemical resistance, weatherability, an electrical property, and a mechanical strength, by making fields, such as industrial use and a home electrical-and-electric-equipment product, into Hajime, and the use for which thermoplastics is used is also expanded. With expansion of this use, fire retardancy begins to be required also of thermoplastics and, moreover, the military requirement is becoming severe every year. Recently, it is independent, or the halogen content compound which is the mainstream of the especially conventional flameproofing technology is made into a flame retarder combining antimo compounds, such as an antimony oxide, and it is regarded as questionable that the flame-retardant-resin constituent which blended it with thermoplastics generates halogen system gas at the time of combustion or fabrication etc. Then the flame-retardant-resin constituent which does not generate these halogen system gas at the time of combustion or fabrication is demanded.

[0003] In order to meet these demands, the method of blending the specific metal hydrate which starts decomposition and dehydration by endothermic reaction in the combustion temperature of a resin, and can suppress combustion of a resin as an inorganic flame retarder is proposed recently. however, the flame-retardant-resin constituent which blend so much is the need since the metal hydrate used by this method has the fire-resistant very feeble grant effect, consequently is obtained has the problem that the fabricating-operation nature falls and many properties, such as a fa of the mechanical strength of the moldings obtained from this constituent, also fall

[0004] In order to meet the above-mentioned demand, the technique using a specific phosphorus compound is proposed. For example, the charge of fire-prevention material which combined the salt of ethylenediamine phosphat melamine, and/or a cyanuric-acid derivative, for example, a phosphoric-acid melamine etc., is proposed by JP,59-47285,A. Moreover, the fire-resistant thermoplastics constituent which blended the phosphate like a phosphoric-acid alkyl diamine with the ***** No. 508187 [five to] official report as a flame retarder is indicated. However, since ethylenediamine phosphate and a phosphoric-acid alkyl diamine given [this] in an official report have high water solubility, water resistance falls and the charge of fire-prevention material or the fire-resistant thermoplastics constituent which blended this ethylenediamine phosphate and the phosphoric-acid alkyl diamine has the problem th it cannot be used for the use in contact with moisture.

[0005] Moreover, the technology of applying new phosphite and new it to JP,63-277651,A as a fire prevention agent indicated, and the process of a condensation phosphoric-acid amino triazine compound useful for the flame-retarder which gives fire retardancy to extensive resins and cellulose system material is indicated by JP,6-8308,B. However, since the component which has a foaming operation in this compound component is not contained, if it does not use together with a component with foaming operations, such as polyhydric alcohol, there is a problem that advanced fir retardancy cannot be acquired in new phosphite and the new condensation phosphoric-acid amino triazine compound which were obtained by the method of this official report indication.

[0006] On the other hand, blending the amine salt of a new phosphoric acid and the amine salt of a phosphoric acid with JP,4-22916,B or JP,4-21679,B as a flameproofing additive of a certain kind of polymer constituent is indicated a method of making a foaming component containing in a compound. However, it has the trouble that it cannot be sa

that it is advantageous to being unable to manufacture if it does not pass through that it is necessary to use strong toxic phosphorus oxychloride as a starting material, and a complicated process in order to obtain the amine salt of the phosphoric acid of this official report indication, but producing in large quantities industrially.

[0007] Moreover, in JP,6-87974,A or JP,6-340770,A, the self-extinguishing polymer constituent blended with thermoplastics by making the salt of a specific triazine derivative and the oxygenation acid of Lynn into a flame retarder is indicated recently. However, a compound given [these] in an official report also has the trouble that an addition must be made [many] for it is necessary to pass through a complicated process and giving sufficient fire retardancy moreover.

[0008]

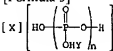
[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention persons inquired wholeheartedly to obtain the fire-resistant thermoplastics constituent which demonstrates fire retardancy with the loadings of a flame retarder high at least. Consequently, by blending a polyphosphoric acid ammonium compound and a new phosphoric-acid amine salt with thermoplastics, it found out that an above-mentioned technical problem was solvable, and this invention was complete based on this knowledge. The purpose of this invention is offering the thermoplastics constituent which was excellent in fire retardancy with the addition with few flame retarders so that clearly from the above description.

[0009]

[Means for Solving the Problem] this invention has the composition of following the (1) - (5).

(1) The fire-resistant thermoplastics constituent characterized by blending the phosphoric-acid amine salt expressed with 1 - 30 % of the weight, and (B) following-ization 3 to thermoplastics to a constituent in (A) polyphosphoric acid ammonium compound one to 30% of the weight to a constituent.

[Formula 3]



(n is the integer of 1-100 among a formula, X is a diamine containing [R1R2-N(CH2)mNR three R4], a piperazine, a piperazine ring, R1, R2, R3, and R4 are the straight chain of H or carbon numbers 1-5, or the alkyl group of branching, respectively, and even if R1, R2, R3, and R4 are the same bases, they may differ.) m is the integer of 1-10 and Y is a triazine derivative expressed with three NH(s) or the following-ization 4 in ** 3.

[Formula 4]



(a formula -- inside -- Z -- one -- and -- Z -- two -- being the same -- even when -- differing -- **** -- -- NR -- five R -- six -- a set -- [-- here -- R -- five -- R -- six -- the same -- or -- having differed -- H -- or -- a carbon number -- o -- -- six -- a straight chain -- or -- branching -- an alkyl group -- or -- MECHIRORU -- a machine --] -- a hydroxyl group -- a sulphydryl group -- a carbon number --

[0010] (2) The fire-resistant thermoplastics constituent of the aforementioned (1) publication which is the compound with which a polyphosphoric acid ammonium compound makes a principal component the ammonium polyphosphat or ammonium polyphosphate expressed with general formula (NH4)^r+2PrO3r+1 (however, r integer of 20-1000).

(3) an ammonium polyphosphate -- a principal component -- ** -- carrying out -- a compound -- this -- an ammonium polyphosphate -- a front face -- a melamine -- a monomer -- or -- melamine resin -- denaturation -- melamine resin -- guanamine resin -- an epoxy resin -- phenol resin -- a urethane resin -- a urea-resin -- and -- poly -- a carbodiimide -- from -- becoming -- thermosetting resin -- a group -- choosing -- having -- one -- a sort -- more than -- existing -- a compound -- it is -- the above -- (two --) -- a publication -- fire retardancy --

(4) an ammonium polyphosphate -- a principal component -- ** -- carrying out -- a compound -- this -- an ammonium polyphosphate -- a front face -- a melamine -- a monomer -- or -- melamine resin -- denaturation -- melamine resin -- guanamine resin -- an epoxy resin -- phenol resin -- a urethane resin -- a urea-resin -- and -- poly -- a carbodiimide -- from -- becoming -- thermosetting resin -- a group -- choosing -- having -- one -- a sort -- more than -- covering -- or microencapsulation -- processing -- carrying out -- having -- **** -- a compound -- it is -- the above

(5) The fire-resistant thermoplastics constituent of aforementioned (1) - (4) whose thermoplastics is one or more sort

chosen from an olefin system resin, a styrene resin, polyamide resin, polycarbonate resin, a polyethylene-terephthalate resin, polybutyrene terephthalate resin, polysulfone resin, a thermoplastic polyurethane resin, a polyphenylene-ether resin, and thermoplastic elastomer given in any 1 term.

[0011] The polyphosphoric acid ammonium compound which is one of the constituents of the fire-resistant thermoplastics constituent of this invention is a compound which makes a principal component an ammonium-polyphosphate simple substance or this ammonium polyphosphate. This ammonium polyphosphate is the compound which can express with general formula $(\text{NH}_4)_r\text{P}_r\text{O}_{3r+1}$ (however, r integer of 20-1000), and r is the compound which can be approximated to the formula $(\text{NH}_4\text{PO}_3)_r$ (r is the same as the above here) r of a metaphosphoric acid, when large enough. Commercial elegance can be used as this ammonium polyphosphate, as this commercial elegance Exo RITTO -422 (a tradename, Hoechst A.G. make) (Exolit), Exo RITTO -700 (a tradename, Hoechst A.G. make) (Exolit), Force CHIEKU (Phos-chek) - P/30 (a tradename, Monsanto Co. make), Force CHIEKU (Phos-chek) - P/40 (a tradename, Monsanto Co. make), Sumisafe [- S20 (a trademark, Chisso Corp. make) can be mentioned.] - P (a tradename, Sumitomo Chemical Co., Ltd. make), TERRAJU (TERRAJU) - S10 (a trademark, Chisso Corp. make), TERRAJU (TERRAJU)

[0012] moreover, as a compound which makes this ammonium polyphosphate a principal component That which covered or *****ed this ammonium polyphosphate by thermosetting resin, What covered this ammonium-polyphosphate front face with a melamine monomer, other nitrogen-containing organic compounds, etc. what processed by the surfactant or the silicon compound, and process in which an ammonium polyphosphate is manufactured, add a melamine etc. and difficulty vitrification is carried out. As a method of obtaining the ammonium polyphosphate which *****ed by thermosetting resin To the resin to cover, for example, an epoxy resin, a urethane resin, acrylic resin, Or it uses together. independent in resins, such as phenol resin, an alkyl resin, a urea-resin, and melamine resin, -- The desired monomer or desired oligomer of a coat resinous principle is made to support or adhere to the front face of this ammonium polyphosphate. This monomer or oligomer a pile (**). The interfacial polymerization and the in-SAICHU (inch-situ) polymerization method which are made to put together, An ammonium-polyphosphate front face is covered with the resin for coats of the polymer state beforehand completed although not hardened. Subsequently, the hardening-in liquid method for stiffening this resin in a solvent, the phase separation method for melting the polymer for coats to a solvent and using the concentration gradient of this polymeric solution, The spray drying process which an encapsulation undiluted solution is sprayed, this is contacted to hot blast and volatile matter is evaporated, and is dried, The heating dissolution of the polymer made to cover can be carried out at a solvent, volatilization or a non-solvent can be made to be able to carry out emulsification distribution of the solvent, making this distribute an ammonium polyphosphate and stirring, and well-known methods, such as liquid drying which it quenches [liquid drying] and deposits the polymer for coats, can be mentioned.

[0013] As a compound which makes this ammonium polyphosphate a principal component, they are [- C80 (a trademark, Chisso Corp. make) etc. is mentioned.] exo RITTO (Exolit) -462 (a tradename, Hoechst A.G. make), Sumisafe-PM (a tradename, Sumitomo Chemical Co., Ltd. make), and TERRAJU (TERRAJU) as commercial elegance. - They are C60 (a trademark, Chisso Corp. make) and TERRAJU (TERRAJU). - They are C70 (a trademark Chisso Corp. make) and TERRAJU

[0014] (B) phosphoric-acid amine salt which is one of the constituents of the fire-resistant thermoplastics constituent this invention is a new compound, for example, can be obtained by the following method. That is, the phosphoric acid of the specified quantity or the condensation phosphoric acid of the degree about 2-100 of condensation is taught to a reaction container, without adding addition or a solvent for an inactive solvent. subsequently, the diamine (R1, R2, R3 and R4 are the straight chain of H or carbon numbers 1-5, or the alkyl group of branching here, respectively -- even if R1, R2, R3, and R4 are the same bases, they may differ) expressed with $[\text{R}_1\text{R}_2\text{-N}(\text{CH}_2)_m\text{NR}_3\text{R}_4]$ Moreover, m dilutes and adds in direct or water with the dissolution or a solvent, and makes the compound (these are named generically below and it is called diamines) which is a diamine containing the piperazine or piperazine **** which is the integer of 1-10 react to it at -10-100 degrees C. A reaction is neutralization and advances promptly. Next, without diluting or diluting the triazine derivative expressed with ammonia or the above-ization 4 with solvents, such as water without isolating the reactant generated here or isolating, it adds and heats and the new phosphoric-acid amine salt of this invention is obtained by making it react. The amount of the diamines which participate in a reaction, ammonia, a triazine derivative changes with the Lynn concentration of the phosphoric acid to be used or a condensation phosphoric acid. namely, the number of mols with few amounts of the diamines to add than a number of a hydroxyl group of 1/2 contained in a phosphoric acid or a condensation phosphoric acid -- preferably, an equimolecular amount is mostly added with a phosphoric acid or a condensation phosphoric acid, it is made to react and an intermediate product is obtained Subsequently, it adds and the ammonia or the triazine derivative of an amount equivalent to the

hydroxyl group which remains to this intermediate product is made to react.

[0015] As a concrete example of these diamines, N, N, N', N'-tetramethyl diamino methane, - dimethyl ethylenediamine, and ethylenediamine, N, and N,N', N'-diethyl ethylenediamine, N and N-dimethyl ethylenediamine, and N-diethyl ethylenediamine, N, N, N', N'- tetramethylethylenediamine, N and N, N', N'-diethyl ethylenediamine, tetramethylenediamine, 1, 2-propanediamine, 1, 3-propanediamine, A tetramethylenediamine, a pentamethylene diamine, a hexamethylenediamine, 1, 7-diamino heptane, 1, 8-diamino octane, 1, 9-diamino nonane, 1, 10-diamino decane, piperazine, trans-2, 5-dimethyl piperazine, 1, 4-screw (2-aminoethyl) piperazine, 1, and 4-screw (3-aminopropyl) piperazine etc. is mentioned, and commercial elegance can be used altogether.

[0016] moreover, as a concrete example of this triazine derivative A melamine, acetoguanamine, benzoguanamine, a acrylic guanamine, 2, 4-diamino-6-nonyl-1,3,5-triazine, 2, 4-diamino-6-hide ROKISHI-1,3,5-triazine, 2-amino -4, 6-JIHAIDOROKISHI-1,3,5-triazine, 2, 4-diamino-6-methoxy-1,3,5-triazine, 2, 4-diamino-6-ethoxy-1,3,5-triazine, 2, 4-diamino-6-propoxy-1,3,5-triazine, 2, 4-diamino-6-isopropoxy-1,3,5-triazine, 2, 4-diamino-6-mercapto-1,3,5-triazine amino -4 and 6-dimercapto-1,3,5-triazine etc. is mentioned and these can all use commercial elegance.

[0017] < polyolefin resin which is various kinds of things as which a thing suitable as thermoplastics used as the b material of the fire-resistant thermoplastics constituent of this invention is illustrated below -- for example A polyethylene resin, polypropylene resin, a poly1 butene resin, a poly4 methyl 1 pentene resin, one sort of resins chos from a Polly 1-hexene resin, a Polly 1-octene resin, and a Polly 1-decene resin or two or more sorts of such mixture (constituent), and < vinyl polymerization object resin -- for example Polystyrene, the Polly alpha methyl styrene, th poly methyl (meta) acrylate resin (PMMA), acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer (ABS plastics), an acrylonitril styrene copolymer (AS resin), and < condensation-polymerization type resin -- for example Nylon (NY), thermoplastic polyesters (PET, PBT, etc.), a polycarbonate (PC), thermoplastic polyurethane (PU), a polysulfone (PS a polyphenylene ether (PPE), and < thermoplastic elastomer (TPE or TPR) -- for example Thermoplastic elastomer olefin A and the polymer constituent of the : and 1-olefin system thermoplasticity crystalline polymer (PO), and the ethylene-propylene copolymer elastomer (EPM) which are a styrene thermoplastic elastomer etc. and can mention th following or the partial bridge formation object of this polymer constituent, - The polymer constituent of 1-olefin system thermoplasticity crystalline polymer (PO) and an ethylene-propylene-disconjugation diolefin copolymer elastomer (EPDM), or the partial bridge formation object of this polymer constituent.

[0018] If it is in the fire-resistant thermoplastics constituent of this invention, various kinds of additives usually add by thermoplastics, for example, an antioxidant, a heat-resistant stabilizer, an ultraviolet-rays inhibitor, an antistatic agent, a copper inhibitor, lubricant, neutralizers (a higher-fatty-acid metal salt, for example, a calcium stearate, a zinc stearate, a metallic oxide and a metal hydroxide compound salt, for example, a hydrocalcite, or manasseite), ***** , a pigment can be suitably used together.

[0019] The fire-resistant thermoplastics constituent of this invention can be manufactured, for example with the following procedures. namely, the thermoplastics used as the base -- a polyphosphoric acid ammonium compound, a new phosphoric-acid amine salt, and the need -- responding -- other additives -- respectively -- every [the specified quantity] -- it supplies to suitable mixed equipment (tradename), for example, a Henschel mixer, a super mixer, or a tumbler mixer, and is obtained by subsequently carrying out stirring mixture for 1 - 10 minutes The target flame-retardant-resin constituent can also be obtained by cutting and pelletizing what extruded the obtained mixture in the shape of a strand after carrying out melting kneading at the melting kneading temperature of 170-350 degrees C using an extruder with a vent etc. if needed [, such as a roll kneading machine or a screw extruder,].

[0020]

[Example] this invention is not limited by this although an example and the example of comparison are shown below order to explain this invention concretely. Moreover, evaluation in an example and the example of comparison was performed by the following method.

[0021] (1) Fire retardancy : it is based on the vertical firing examination specified to the "combustion test of the plas material for parts of a device" of the UL94VUL subject 94 (Underwriter Laboratories, Incorporated). Thickness of 1.6mm (1/16 inch) of a test piece

(2) Fire retardancy : oxygen index (O. I.)

Japanese Industrial Standards JIS It is based on K7201 (the combustion test method of the polymeric materials by th oxygen-index method).

(3) The bleeding-proof nature examination test piece (2mm in length [of 100mm] x width-of-face [of 100mm] x thickness) was cast by the injection molding machine, and the surface electric resistance of a test piece was measured with the oscillating capacity type minute current electrometer (ADVANTEST). subsequently, the constant temperature adjusted in this test piece by the temperature of 80 degrees C, and 80% of humidity -- the constant temperature whic

put on the constant humidity chamber gently, took out after the passage of time on the 30th, and was adjusted by the temperature of 80 degrees C in this taken-out test piece -- it dried in the oven for 2 hours, and the surface electric resistance of a test piece was measured after neglect to the room temperature in the desiccator. That to which the surface electric resistance value of a test piece fell sharply 30 days after presupposed that the bleeding-proof nature under the degree conditions of high-humidity/temperature is poor.

[0022] The new phosphoric-acid amine salt used for operation each example of this invention was obtained by the following method.

[0023] After the ethylenediamine 60.2 weight section was dropped at the example 1 [manufacture of melamine salt (B1) of ethylenediamine phosphate] agitator of manufacture, the thermometer, the dephlegmator, and the reactor with an equipped with the inlet capacity of 1l. over 20 minutes, having put in the phosphoric-acid 115.3 weight section of 85% weight, and the water 120 weight section, and holding in temperature of 20-30 degrees C, heating stirring was carried out at 60 degrees C for 1 hour. Subsequently, the water of the 600 weight sections was put into the reactor, and the melamine 126.1 weight section (one mol) was added stirring, the temperature up was carried out to 80 more degrees C, and it held at this temperature for 2 hours. After the reaction end, it cooled, the product was filtered and washed, it dried in 105-degree C oven, and the melamine salt (B1) 241.6 weight section of ethylenediamine phosphate was obtained.

[0024] After the ethylenediamine 30.1 weight section was dropped at the example 2 [manufacture of melamine salt (2) of ethylene JIAMIPIRO phosphate] agitator of manufacture, the thermometer, the dephlegmator, and the reactor with an equipped with the inlet capacity of 1l. over 10 minutes, having put in the pyrophosphoric-acid 89 weight-section and the water 30 weight section, and holding in temperature of 20-30 degrees C, it stirred at this temperature further for 1 hour. Subsequently, the water of the 600 weight sections was put into the reactor, and the melamine 126 weight section (one mol) was added stirring, the temperature up was carried out to 80 more degrees C, and it held at this temperature for 2 hours. After the reaction end, it cooled, the product was filtered and washed, it dried in 105-degree C oven, and the melamine salt (B-2) 200 weight section of ethylene JIAMIPIRO phosphate was obtained.

[0025] To the example 3 [manufacture of melamine salt (B3) of PIPERAJIMPIRO phosphate] agitator of manufacture the thermometer, the dephlegmator, and the reactor with an equipped with the inlet capacity of 2l., after the solution which diluted the pyrophosphoric-acid 89 weight section with the water of 50 weight sections was dropped at the solution which melted the piperazine 43.05 weight section in the water of the 100 weight sections, holding in temperature of 20-30 degrees C, it stirred at this temperature further for 1 hour. Subsequently, the water of the 650 weight sections was put into the reactor, and the melamine 126.1 weight section was added stirring, the temperature was carried out to 80 more degrees C, and it held at this temperature for 2 hours. After the reaction end, it cooled, the product was filtered and rinsed, it dried in 105-degree C oven, and the melamine salt (B3) 250 weight section of PIPERAJIMPIRO phosphate was obtained.

[0026] While holding the piperazine 21.05 weight section to the temperature of 20-30 degrees C to the solution melt into the water of the 100 weight sections at the example 4 [manufacture of melamine salt (B4) of piperazine poly phosphate] agitator of manufacture, a thermometer, a dephlegmator, and a reactor with an equipped with the inlet capacity of 2l. After the solution which diluted the polyphosphoric acid (H6P4O13) 84.5 weight section with the water of 50 weight sections was dropped, it stirred at the room temperature further for 1 hour. Subsequently, the water of the 650 weight sections was put into the reactor, and the melamine 126.1 weight section (one mol) was added stirring, the temperature up was carried out to 80 more degrees C, and it held at this temperature for 2 hours. After the reaction end, it cooled, the product was filtered and rinsed, it dried in 105-degree C oven, and the melamine salt (B4) 218.2 weight section of piperazine poly phosphate was obtained.

[0027] Let the melamine salts (B1) of the ethylenediamine phosphate obtained in the aforementioned example 1 of manufacture 8% of the weight in the example 1 ammonium polyphosphate (exo RITTO -462 (Exolit)) (A1) be 17% the weight and thermoplastics. 8.5 % of the weight of crystalline propylene-ethylene block-copolymer [ethylene component contents, MFR(temperature [of 230 degrees C], load 2.16Kgf) 20g/10min.] (C1) 73.7 % of the weight, A various additives, 0.8 % of the weight (D1) of hydrotalcites, 2, 0.2 % of the weight (D2) of 6-G t-butyl-p-cresol, Dimyristyl - 0.2 % of the weight (D3) of beta and beta'-thiodipropionate and 0.1 % of the weight (D4) of calcium stearates were inserted in the Henschel mixer (tradename), and stirring mixture was carried out for 3 minutes. The extruder (aperture of 30mm) was used, the obtained mixture was melting-kneaded (temperature of 200 degrees C), w extruded, and the pellet of a flame-retardant-resin constituent was obtained. After drying the obtained pellet at the temperature of 100 degrees C for 3 hours, each predetermined test piece was produced for this pellet using the inject molding machine (it is set as the temperature of 220 degrees C of a cylinder), and evaluation of fire retardancy and bleeding-proof nature was performed. The result was shown in Table 1.

[0028] Except having changed combination into two, to example 5 table 1 like a publication, it was based on the example 1, and it melting-kneaded, and it extruded and the pellet was produced. Based on the example 1, each predetermined test piece was produced using the obtained pellet, and evaluation of fire retardancy and blades-proof nature was performed using this test piece. The result was shown in Table 1.

[0029] 0.8 % of the weight (D5) of vinyltrimetoxysilane which is a silane coupling agent considering the melamine s (B-2) of the ethylene JIAMIPIRO phosphate obtained in the aforementioned example 2 of manufacture 10% of the weight in the example 6 ammonium polyphosphate (TERRAJU (TERRAJU)-M30) (A3) as an additive of 15 % of the weight and others was inserted in the Henschel mixer (tradename), and stirring mixture was carried out for 3 minutes. Subsequently, it is high-density-polyethylene MI (temperature of 190 degrees C) as thermoplastics. load 2.16Kgf.5 -/10min.; tradename: -- as Chisso polyethylene M680(Chisso Corp. make))(C2) 73 % of the weight and various additives -- 0.7 % of the weight (D1) of hydrotalcites, 2, 0.2 % of the weight (D2) of 6-G-t-butyl-p-cresol, dimyristyl beta, and beta' -- additional insertion of 0.2 % of the weight (D3) of - thiodipropionate and the 0.1 % of the weight (D) of the calcium stearates was carried out, and stirring mixture was The extruder (aperture of 30mm) was used, the obtained mixture was melting-kneaded (temperature of 200 degrees C), was extruded, and the pellet of a flame-retardant-resin constituent was obtained. After drying the obtained pellet at the temperature of 100 degrees C for 3 hours, each predetermined test piece was produced for this pellet using the injection molding machine (it is set as the temperature of 220 degrees C of a cylinder), and evaluation of fire retardancy and bleeding-proof nature was performed. The result was shown in Table 1.

[0030] It is the melamine salt (B3) of the PIPERAJIMPIRO phosphate obtained in the aforementioned example 3 of manufacture 15% of the weight in the example 7 ammonium polyphosphate (TERRAJU (TERRAJU)-C60) (A2) as 1 % of the weight and thermoplastics. polystyrene resin [MI(temperature [of 190 degrees C], load 2.16Kgf) 14.0g --/10min.; tradename: -- Styron 470(Asahi Chemical Industry make))(C3) 68.8% of the weight, 0.7 % of the weight (D) of hydrotalcites was inserted in the Henschel mixer (tradename) as various additives, and stirring mixture was carried out for 3 minutes The extruder (aperture of 30mm) was used, the obtained mixture was melting-kneaded (temperature of 200 degrees C), was extruded, and the pellet of a flame-retardant-resin constituent was obtained. After drying the obtained pellet at the temperature of 100 degrees C for 3 hours, each predetermined test piece was produced for this pellet using the injection molding machine (it is set as the temperature of 220 degrees C of a cylinder), and evaluation of fire retardancy and bleeding-proof nature was performed. The result was shown in Table 1.

[0031] It is the melamine salt (B4) of the piperazine poly phosphate obtained in the aforementioned example 4 of manufacture 5% of the weight in the example 8 ammonium polyphosphate (TERRAJU (TERRAJU)-C60) (A2) as 25 % of the weight and thermoplastics. ABS-plastics[MI(temperature [of 190 degrees C], load 2.16Kgf) 15g --/10min tradename: -- 0.7 % of the weight (D1) of hydrotalcites was inserted in the Henschel mixer (tradename) as 101 (Asah Chemical Industry make))(C4) 68.8 % of the weight of SUTAL racks, and various additives, and stirring mixture was carried out for 3 minutes The extruder (aperture of 30mm) was used, the obtained mixture was melting-kneaded (temperature of 210 degrees C), was extruded, and the pellet of a flame-retardant-resin constituent was obtained. After drying the obtained pellet at the temperature of 100 degrees C for 3 hours, each predetermined test piece was produced for this pellet using the injection molding machine (it is set as the temperature of 220 degrees C of a cylinder), and evaluation of fire retardancy and bleeding-proof nature was performed. The result was shown in Table 1.

[0032] It is considering the melamine salt (B4) of the piperazine poly phosphate obtained in the aforementioned example 4 of manufacture 7% of the weight in the melamine salt (B-2) of the ethylene JIAMIPIRO phosphate obtained in the aforementioned example 2 of manufacture 7% of the weight in the example 9 ammonium polyphosphate (TERRAJU (TERRAJU)-M30) (A3) as 7 % of the weight and thermoplastics. 8.5 % of the weight of crystalline propylene-ethylene block-copolymer [ethylene component contents, MFR(temperature [of 230 degrees C load 2.16Kgf)20g/10min.] (C1) 57.7 % of the weight, high-density-polyethylene [MI(temperature [of 190 degrees C load 2.16Kgf) 6.5g --/10min.; tradename: -- Chisso polyethylene M680(Chisso Corp. make)) (C2) 10% of the weight EP-02P(Japan Synthetic Rubber Co., Ltd. make)) (C5) Ethylene-propylene rubber [tradename : 10 % of the weight, A various additives, 0.8 % of the weight (D1) of hydrotalcites, 2, 0.2 % of the weight (D2) of 6-G-t-butyl-p-cresol, Dimyristyl - 0.2 % of the weight (D3) of beta and beta'-thiodipropionate and 0.1 % of the weight (D4) of calcium stearates were inserted in the Henschel mixer (tradename), and stirring mixture was carried out for 3 minutes. The extruder (aperture of 30mm) was used, the obtained mixture was melting-kneaded (temperature of 200 degrees C), was extruded, and the pellet of a flame-retardant-resin constituent was obtained. After drying the obtained pellet at the temperature of 100 degrees C for 3 hours, each predetermined test piece was produced for this pellet using the injection molding machine (it is set as the temperature of 220 degrees C of a cylinder), and evaluation of fire retardancy and bleeding-proof nature was performed. The result was shown in Table 1.

[0033] Except having used the melamine instead of the melamine salt (B1) of example of comparison 1 ethylenediamine phosphate, the thermoplastics constituent was obtained based on the example 1, each test piece was produced based on the example 1, and evaluation of fire retardancy and bleeding-proof nature was performed. The result was shown in Table 1.

[0034] Except having used ethylenediamine phosphate instead of the melamine salt (B1) of example of comparison 2 ethylenediamine phosphate, the thermoplastics constituent was obtained based on the example 1, each test piece was produced based on the example 1, and evaluation of fire retardancy and bleeding-proof nature was performed. The result was shown in Table 1.

[0035] Instead of the example of comparison 3 ammonium polyphosphate (TERRAJU (TERRAJU)-M30), except having used phosphoric-acid 2 hydrogen 1 ammonium, the thermoplastics constituent was obtained based on the example 6, each test piece was produced based on the example 1, and evaluation of fire retardancy and bleeding-proof nature was performed. The result was shown in Table 1.

[0036]

[Effect of the Invention] Since the fire-resistant thermoplastics constituent of this invention which comes to blend a polyphosphoric acid ammonium compound and a new phosphoric-acid amine salt with thermoplastics demonstrates fire retardancy excellent in the low addition and is moreover excellent also in bleeding-proof nature, the mold goods using this constituent can begin the field of an electric product, and can use it much more suitable for fields, such as building materials and autotparts.

[0037]

[Table 1]

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9	比較例 1	比較例 2	比較例 3
成	A1	8	10	16	17					8	8	
	A2				15		16	5				
	A3					10			7			
	A4											10
分	B1	17										
	B2		15			15			7			15
	B3			10		10	15					
	B4				8			25	7			
度	B5									17		
	B6										17	
	C1	73.7	73.7	73.7	73.7	73.7			57.7	73.7	73.7	
	C2					73			10			73
値	C3						68.8					
	C4							68.8				
	C5								10			
	D1	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.7	0.7	0.8	0.8	0.8	0.7
性	D2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2		0.2	0.2	0.2	0.2
	D3	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2		0.2	0.2	0.2	0.2
	D4	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1		0.1	0.1	0.1	0.1
	D5						0.8					0.8
UL-94V	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	該当せず	該当せず	該当せず
O.I.	33.5	33.8	34.2	34.0	34.9	32.8	34.0	35.1	36.2	24.8	26.9	29.4
7-10 性	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	不良	不良	不良

A1: ポリリン酸アンモニウム (Exolit-462 (ヘキスト社製))
 A2: ポリリン酸アンモニウム (TERRAJU-C80 (タツノ製))
 A3: ポリリン酸アンモニウム (TERRAJU-M30 (タツノ製))
 A4: リン酸2水素1アンモニウム
 B1~B4: 実施例1~4の新規 (総合) リン酸塩
 B5: メラミン
 B6: エチレンジアミンホスフェート
 C1: ポリプロピレン
 C2: 高密度ポリエチレン
 C3: ポリスチレン

C4: ABS樹脂
 C5: エチレンプロピレンゴム
 D1: ハイドロタルサイト
 D2~D4: 安定剤
 D5: シランカップリング剤 (ビニルトリメトキシシラン)

[Translation done.]